

(19)



Europäisches Patentamt

European Patent Office

Office européen des brevets



(11)

EP 1 653 192 A1

(12)

DEMANDE DE BREVET EUROPEEN

(43) Date de publication:

03.05.2006 Bulletin 2006/18

(51) Int Cl.:

G01B 11/06 (2006.01)

G01J 5/00 (2006.01)

(21) Numéro de dépôt: 05447208.9

(22) Date de dépôt: 19.09.2005

(84) Etats contractants désignés:

AT BE BG CH CY CZ DE DK EE ES FI FR GB GR
HU IE IS IT LI LT LU LV MC NL PL PT RO SE SI
SK TR

Etats d'extension désignés:

AL BA HR MK YU

(30) Priorité: 27.10.2004 BE 200400524

(71) Demandeur: Centre De Recherches
Metallurgiques
1200 Bruxelles (BE)

(72) Inventeurs:

- Franssen, Roger
4850 Plombières (BE)
- Schyns, Marc
4690 Bassenge (BE)
- Bordignon, Michel
4140 Sprimont (BE)

(74) Mandataire: Van Malderen, Michel et al
Office van Malderen
85/043 Boulevard de la Sauvenière
4000 Liège (BE)

(54) Procédé amélioré et appareil pour la mesure de l'épaisseur d'une couche d'oxyde

(57) La présente invention se rapporte à un procédé pour la mesure sans contact et en temps réel de l'épaisseur (e) d'une couche d'oxyde déposée sur un substrat métallique, de préférence une bande d'acier en mouvement destinée à un traitement ultérieur de galvanisation au trempé à chaud, en se basant sur la mesure des tem-

pératures apparentes absolues (T_{Aa1} , T_{Aa2}) à deux longueurs d'onde choisies arbitrairement, une longueur d'onde inférieure (λ_1) et une longueur d'onde supérieure (λ_2), à savoir en calculant la différence des inverses des dites températures, appelée paramètre DITA, et en mettant la valeur de ce paramètre en relation univoque avec l'épaisseur à mesurer.

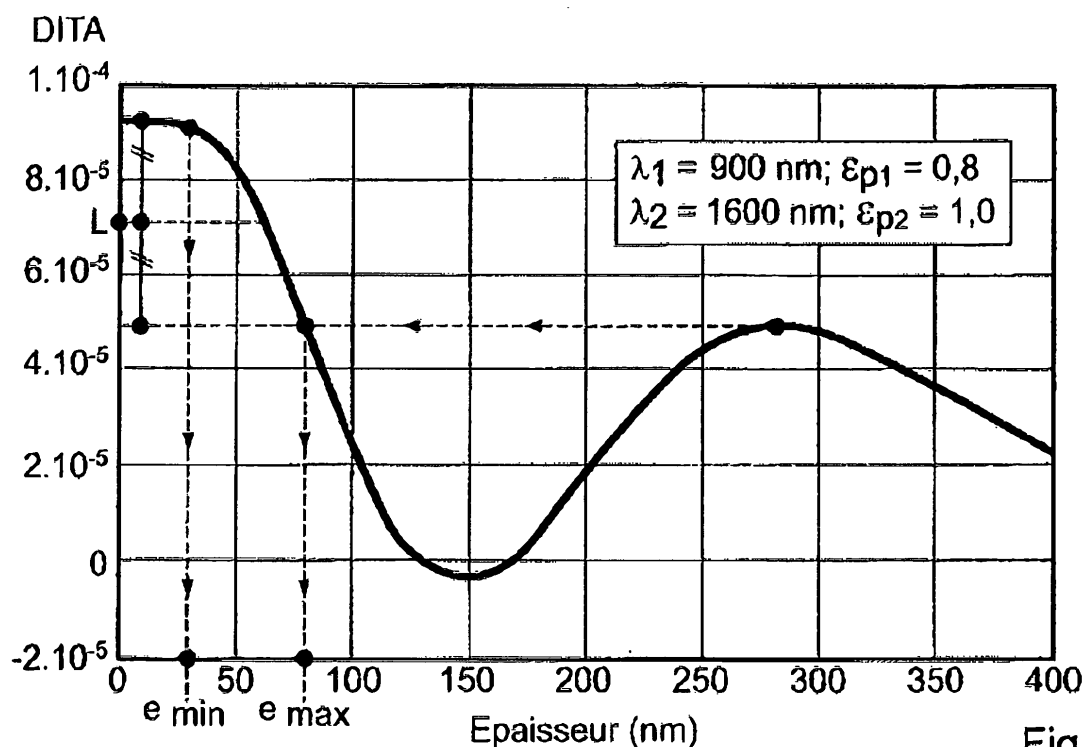


Fig. 1

EP 1 653 192 A1

Description**Objet de l'invention**

[0001] La présente invention se rapporte à un procédé amélioré pour la mesure de l'épaisseur, éventuellement simultanément avec celle de la température, d'une couche d'oxyde déposée sur un substrat en mouvement à grande vitesse, de préférence une bande métallique chaude destinée à un traitement de galvanisation au trempé à chaud.

[0002] L'invention se rapporte également à l'installation pour la mise en oeuvre du procédé amélioré.

[0003] Les améliorations de la présente demande doivent s'entendre par rapport aux caractéristiques du procédé et de l'installation décrits dans la demande de brevet belge BE 2004/0220, déposée le 03.05.2004 au nom du même demandeur et non encore publiée. Le contenu de la demande précitée est incorporé par référence à la présente demande. Le vocabulaire et la terminologie de la présente demande doivent donc s'entendre dans le contexte de cette demande antérieure.

Arrière-plan technologique et état de la technique

[0004] Pour rappel, un objet de l'invention selon BE 2004/0220 se rapporte à un procédé pour la mesure sans contact, simultanée et en temps réel de l'épaisseur (e) et la température (T) d'une couche d'oxyde déposée sur un substrat métallique, de préférence une bande d'acier en mouvement destinée à un traitement ultérieur de galvanisation au trempé à chaud.

[0005] Ce procédé utilise une installation, notamment représentée sur la figure 4, comprenant une source de lumière 1 présentant un spectre essentiellement continu s'étendant au moins d'une longueur d'onde inférieure (λ_1) à une longueur d'onde supérieure (λ_2) et formant, par l'intermédiaire d'un premier moyen optique, de préférence une lentille 2, une petite tache lumineuse à la surface du substrat 3a revêtu d'une couche d'oxyde 3b, un obturateur 4 positionné entre la source de lumière 1 et le substrat 3a revêtu, un second moyen optique, de préférence une lentille 5, formant l'image de la surface de ladite tache sur la fente d'entrée 6 d'un spectromètre optique 7 dont la gamme de longueurs d'onde s'étend également au moins de la longueur d'onde inférieure (λ_1) à la longueur d'onde supérieure (λ_2).

[0006] Selon le procédé de l'invention antérieure, l'épaisseur (e) de ladite couche d'oxyde est déterminée à partir de l'analyse du spectre de facteur de réflexion $R(\lambda)$ et la température (T) est déterminée simultanément à partir de $S1(\lambda)$ et de l'épaisseur (e), où :

- $R(\lambda)$ est le spectre de l'intensité du rayonnement réfléchi sur le substrat revêtu $S3(\lambda)$ divisé par le spectre de l'intensité du rayonnement incident $S0(\lambda)$ de la source de lumière, où $S3(\lambda)$ est lui-même obtenu en soustrayant le spectre $S1(\lambda)$ du spectre $S2(\lambda)$;
- $S1(\lambda)$ est le spectre de l'intensité du rayonnement intrinsèque du substrat revêtu, mesuré dans une première étape au moyen dudit spectromètre, fonctionnant en l'occurrence en mode pyromètre, en fermant l'obturateur dans le chemin optique ;
- $S2(\lambda)$ est le spectre d'intensité du substrat revêtu mesuré dans une seconde étape au moyen dudit spectromètre, fonctionnant en l'occurrence en mode pyromètre et réflexion, en laissant ledit obturateur ouvert.

[0007] Toujours selon l'invention antérieure, on détermine l'épaisseur (e) de la couche d'oxyde à partir de l'analyse du spectre de facteur de réflexion $R(\lambda)$ de 1a manière suivante :

- si le spectre de facteur de réflexion $R(\lambda)$, dans la gamme opérationnelle précitée du spectromètre, c'est-à-dire (λ_1 , λ_2), présente au moins un pic d'interférence détectable, que ce soit un maximum ou un minimum, l'épaisseur de la couche d'oxyde est déduite de la longueur d'onde de ces pics minima (λ_{1m} , λ_{2m} , ...) ou maxima (λ_{1M} , λ_{2M} , ...) à partir des propriétés optiques, de préférence l'indice de réfraction complexe, de la couche d'oxyde et du substrat, l'épaisseur de la couche d'oxyde étant comprise entre deux valeurs e_1 et e_2 ;
- si aucun pic n'est détectable dans la gamme spectrale précitée, on en déduit que la couche est soit trop mince, c'est-à-dire a une épaisseur $< e_1$, soit trop épaisse, c'est-à-dire a une épaisseur $> e_2$, pour avoir des pics d'interférence apparaissant dans l'intervalle spectral considéré, l'atténuation de l'illumination dans la couche étant telle, lorsque cette couche est trop épaisse, qu'aucune interférence significative ne se produit, et on procède à la discrimination entre les deux cas en se basant sur la forme et l'intensité du signal de facteur de réflexion ; de préférence, on compare l'intensité du signal de facteur de réflexion $[R(\lambda_3)]$, prise à une troisième longueur d'onde donnée (λ_3), égale à ou proche de la longueur d'onde supérieure (λ_2), à un niveau d'intensité de référence prédéterminé obtenu par calibration (R_{ref}) ; dans le cas où le signal de facteur de réflexion est plus petit que ce niveau prédéterminé [$R(\lambda_3) < R_{ref}$], on constate alors qu'une couche d'oxyde très épaisse, c'est-à-dire d'épaisseur supérieure à la valeur maximale e_2 , est formée ; dans le cas contraire, on constate qu'il s'agit d'une couche d'oxyde très mince, c'est-à-

dire d'épaisseur inférieure à la valeur minimale e_1 ;

- toujours dans ce cas de figure où la couche d'oxyde est dite très épaisse ou très mince, le traitement complémentaire suivant est requis :

- pour la couche très mince, la valeur de l'épaisseur de la couche d'oxyde est déterminée à partir de la forme, de préférence la pente, de la courbe du facteur de réflexion spectrale $R(\lambda)$;
- pour la couche très épaisse, aucune valeur d'épaisseur n'est obtenue à partir des mesures du facteur de réflexion spectrale.

[0008] Le procédé décrit dans la demande de brevet BE 2004/0220 présente toutefois quelques inconvénients :

- lorsqu'aucun pic du facteur de réflexion $R(\lambda)$ n'est détectable dans l'intervalle spectral considéré (λ_1, λ_2), la distinction entre couche très mince ($< e_1$) et très épaisse ($> e_2$) se fait donc en se basant sur la forme et l'intensité du signal de facteur de réflexion et préférentiellement en comparant $R(\lambda_3)$ à un niveau d'intensité de référence R_{ref} prédéterminé obtenu par calibration. L'expérience montre cependant que la valeur R_{ref} peut être influencée par certains paramètres tels que la rugosité du substrat, la nuance du substrat, etc. ;
- le calcul de l'épaisseur pour les couches très minces ($< e_1$) peut aussi être influencé par des paramètres tels que la nuance et la rugosité ;
- d'autre part, en cas de présence de pics dans le spectre, des difficultés peuvent parfois apparaître dans la détermination du facteur k décrivant l'ordre d'apparition des pics, entraînant une valeur erronée d'épaisseur calculée ;
- enfin, les essais industriels avec visée à longue distance (par exemple 1 mètre ou plus) ont montré que la détection de minima et maxima est parfois rendue difficile par suite de fluctuations locales du rayonnement propre de la bande, lorsque sa température est telle que, dans certaines plages de longueur d'onde, le rayonnement intrinsèque $S1(\lambda)$ est nettement plus élevé que le rayonnement réfléchi $S3(\lambda)$.

Buts de l'invention

[0009] La présente invention vise à fournir une solution qui permette de s'affranchir des inconvénients de l'état de la technique, notamment ceux énoncés ci-dessus.

[0010] L'invention a en particulier pour but d'améliorer la précision de l'estimation de l'épaisseur du revêtement sur le substrat métallique.

Principaux éléments caractéristiques de l'invention

[0011] L'invention se rapporte à des améliorations du procédé de la demande BE 2004/0220, qui prévoyait uniquement une estimation de l'épaisseur effectuée par une mesure du facteur de réflexion spectrale, telle que détaillée ci-dessus. Selon la présente invention, cette estimation d'épaisseur est également effectuée par analyse du rayonnement thermique de la bande, lorsque ce rayonnement est important, voire suffisant. La méthode de déduction de la température à partir du rayonnement thermique et de l'épaisseur reste inchangée par rapport à la demande BE 2004/0220.

[0012] Ainsi, un premier objet de l'invention est de proposer un procédé amélioré de détermination de l'épaisseur de la couche d'oxyde, selon les termes de la revendication 1. Plus précisément, ladite épaisseur est déterminée à partir de l'analyse du spectre du facteur de réflexion et à partir de la mesure de températures apparentes absolues du substrat revêtu à au moins deux longueurs d'onde, ladite mesure étant réalisée au moyen du spectromètre fonctionnant en mode pyromètre et éventuellement d'un pyromètre ou détecteur supplémentaire extérieur au spectromètre.

[0013] Des modalités préférées du procédé de l'invention sont détaillées dans les revendications 2 à 15.

[0014] Un deuxième objet de l'invention est de proposer une installation modifiée selon les termes de la revendication 16.

[0015] Des formes d'exécution préférées de l'installation sont également détaillées dans les revendications 17 à 24.

Brève description des figures

[0016] La figure 1 représente graphiquement l'évolution théorique simulée du paramètre DITA, défini ci-après, en fonction de l'épaisseur du revêtement, dans le cas d'un dépôt FeO sur Fe, correspondant à une lecture sur des pyromètres monochromatiques travaillant respectivement à 1600 et 900 nm, la gamme d'épaisseur univoque délimitée par e_{min} et e_{max} , ainsi qu'un seuil L sur l'échelle DITA servant à discriminer les couches très minces des couches très épaisses.

[0017] La figure 2 représente graphiquement l'évolution théorique simulée du paramètre DITA, en fonction de l'épaisseur du revêtement mais avec des pyromètres monochromatiques à 3900 et 900 nm respectivement.

[0018] La figure 3 correspond à la figure 2 mais avec des pyromètres monochromatiques à 1000 et 800 nm respec-

tivement.

[0019] La figure 4, déjà mentionnée, représente schématiquement un exemple d'appareil de mesure prévu pour la mise en oeuvre du procédé de l'invention.

5 Description d'une forme d'exécution préférée de l'invention

BASE THEORIQUE DES AMELIORATIONS

Définitions

[0020] On appelle température apparente T_A d'un pyromètre, l'indication donnée par ce pyromètre lorsqu'il vise une cible ayant une température réelle de surface T_C et une émissivité ϵ_c , le réglage de correction de l'émissivité du pyromètre étant ajusté à la valeur ϵ_p .

[0021] Lorsque $\epsilon_p = \epsilon_c$, on a : $T_A = T_C$.

[0022] Lorsque les températures sont exprimées sous forme de températures absolues, on utilise dans ce contexte les notations T_{As} et T_{Ca} .

Base théorique

[0023] De la loi de Wien, applicable lorsque $\lambda \cdot T_{Ca}$ est beaucoup plus petit que c_2 (valant 14388 lorsque la longueur d'onde est exprimée en μm et la température en Kelvin), on peut déduire aisément que :

$$1/T_{Aa} = 1/T_{Ca} - (\lambda/c_2) * \ln(\epsilon_c/\epsilon_p) \quad (1).$$

[0024] Si on effectue maintenant des mesures à deux longueurs d'onde différentes (λ_1, λ_2), on peut écrire :

$$1/T_{Aa2} - 1/T_{Aa1} = (\lambda_1/c_2) * \ln(\epsilon_{c1}/\epsilon_{p1}) - (\lambda_2/c_2) * \ln(\epsilon_{c2}/\epsilon_{p2}) \quad (2).$$

[0025] La relation (2) montre que, théoriquement, lorsqu'on utilise des pyromètres monochromatiques ou à spectre très étroit, la différence des inverses des températures apparentes absolues, en abrégé DITA, dépend donc uniquement des émissivités de la cible aux deux longueurs d'onde choisies et du réglage d'émissivité choisi pour ces deux longueurs d'onde. Elle est donc indépendante de la température réelle de la cible. Le lecteur remarquera encore que la notation des longueurs d'onde dans cette section ne désigne pas les valeurs limites de l'intervalle spectral comme dans la section ci-dessus et dans la demande de brevet antérieure, mais deux longueurs d'onde arbitrairement choisies.

[0026] Dans le présent contexte, pour éviter toute confusion, on définira donc :

$$DITA = 1/T_{Aa2} - 1/T_{Aa1} \quad (3)$$

avec $\lambda_2 > \lambda_1$.

[0027] Cependant, le principe général à la base de la présente invention est inchangé si on inverse le rôle de λ_1 et λ_2 . Dans la suite de l'exposé, on raisonnera sur base de l'expression (3).

50 BASE EXPERIMENTALE

[0028] Les simulations théoriques, représentées sur les figures 1 à 3, ont été confirmées par des résultats expérimentaux. Ceux-ci montrent donc que, dans une certaine gamme d'épaisseur, dépendant des deux longueurs d'onde arbitrairement choisies pour le procédé, l'épaisseur peut être estimée à partir de la différence des inverses des températures apparentes (DITA), ce qui est une méthode particulièrement simple. Si on sort de cette gamme d'épaisseur particulière, la relation n'est plus univoque. Le choix des longueurs d'onde des pyromètres est donc très important. Ainsi, la figure 1 montre que si on prend les pyromètres à 900 et à 1600 nm, le paramètre DITA donne univoquement une épaisseur de revêtement par exemple comprise entre $e_{min} = 30$ et $e_{max} = 80$ nm environ. Si le processus de formation

de la couche est tel que que l'épaisseur ne dépasse jamais 150 nm, la plage utile peut alors s'étendre jusqu'à environ $e_{\max} = 150$ nm. Pour des longueurs d'onde de pyromètres à 900 et 3900 nm, l'épaisseur peut être déterminée entre $e_{\min} = 50$ nm et respectivement $e_{\max} = 240$ ou 300 nm (épaisseur a priori inférieure à 320 nm) environ (voir figure 2). Enfin, pour des pyromètres réglés sur 800 et 1000 nm, on constate une oscillation marquée du paramètre DITA qui impose de choisir une plage plus restreinte d'épaisseurs mesurables, par exemple entre $e_{\min} = 20$ nm et respectivement $e_{\max} = 55$ ou 100 nm (épaisseur a priori inférieure à 110 nm).

[0029] Les améliorations proposées pour le procédé consistent alors en un traitement différent du signal suivant l'importance du rayonnement propre de la bande :

1. Si le rayonnement thermique de la bande $S1(\lambda)$ n'est pas détectable ou est négligeable par rapport au signal réfléchi $S3(\lambda)$ pour l'ensemble de la gamme spectrale considérée du spectromètre, la méthode dite DITA n'est pas applicable et on utilise la méthode de calcul de l'épaisseur telle que décrite dans la demande BE 2004/0220 (voir ci-dessus).

2. Si le rayonnement thermique $S1(\lambda)$ est détectable et ne dépasse pas le niveau du signal réfléchi $S3(\lambda)$ multiplié par un facteur K ($K > 0$) déterminé expérimentalement pour l'entièreté de la gamme spectrale du spectromètre, l'expérience montre que la méthode de la détection de minima et maxima d'interférence est plus précise que la méthode DITA. La valeur de K peut être inférieure ou supérieure à 1 et est fortement dépendante de la configuration géométrique ou optique retenue. On utilise alors la méthode de la détection des minima et maxima d'interférences avec les modifications suivantes :

- Distinction entre couches très minces et très épaisses (pas de pic)

La distinction entre couche très mince ($< e1$) et très épaisse ($> e2$) peut se faire en mesurant les températures apparentes absolues à ces deux longueurs d'onde (λ_1, λ_2), après étalonnage préalable devant corps noir, en calculant ensuite la différence des inverses de ces températures absolues et en comparant le résultat obtenu à un seuil L . Ce seuil est par exemple fixé à une valeur égale à environ la moyenne arithmétique de la valeur DITA obtenue pour une couche d'épaisseur égale à ou proche de 0 nm et à la valeur du paramètre DITA atteinte au deuxième maximum de la courbe (voir figure 1). Lorsque la valeur DITA est supérieure au seuil L , la couche est considérée comme très mince. Sinon, elle est considérée comme très épaisse. La longueur d'onde inférieure sera choisie aussi courte que possible, mais suffisamment élevée que pour assurer un rapport signal/bruit convenant à la mesure de la température apparente (par exemple dans la gamme 700 à 1000 nm). Pour la longueur d'onde supérieure, plusieurs options existent :

- prendre une longueur d'onde aussi élevée que possible dans la gamme spectrale du spectromètre (par exemple 1600 nm) ;
- choisir une longueur d'onde en dehors de la gamme du spectromètre, en utilisant
 - soit un pyromètre extérieur au dispositif visant la même zone ou une zone très proche sur la bande ;
 - soit utiliser un dispositif combinant le spectromètre et un détecteur supplémentaire sensible à la dite longueur d'onde (voir appareil sur la figure 4).

- Calcul de l'épaisseur pour des couches très minces (pas de pic ; épaisseur $< e1$)

Les températures apparentes à deux longueurs d'onde seront calculées à partir des mesures du spectromètre. La longueur d'onde inférieure sera choisie aussi courte que possible, mais suffisamment élevée que pour assurer un rapport signal/bruit convenant à la mesure de la température apparente à cette longueur d'onde. La longueur d'onde supérieure devra être judicieusement choisie pour couvrir une plage d'épaisseur s'étendant au moins jusqu'à $e1$. On peut, par exemple choisir la longueur d'onde inférieure λ_1 dans une gamme allant de 700 à 900 nm et la longueur d'onde supérieure λ_2 dans une gamme allant de $\lambda_1 + 100$ nm à $\lambda_1 + 300$ nm. On calcule DITA et on en déduit l'épaisseur.

- Calcul de l'épaisseur pour des couches très épaisses (pas de pic ; épaisseur $> e2$)

Les températures apparentes à deux longueurs d'onde seront calculées à partir des mesures du spectromètre. La longueur d'onde inférieure sera choisie par exemple aussi courte que possible, mais suffisamment élevée que pour assurer un rapport signal/bruit convenant à la mesure de la température apparente à cette longueur d'onde. La longueur d'onde supérieure sera supérieure ou égale à au moins 5 fois et de préférence 15 fois l'épaisseur maximale à mesurer. On calcule DITA et on en déduit l'épaisseur.

- Discrimination de l'ordre des pics

Le calcul du paramètre DITA, obtenu à partir de la mesure de températures apparentes absolues à deux longueurs d'onde judicieusement choisies pour couvrir la plage entre e_1 et e_2 , permet de lever des incertitudes

pouvant apparaître dans la détermination de l'ordre des pics. La longueur d'onde supérieure λ_2 sera supérieure ou égale à au moins 5 fois et de préférence 15 fois l'épaisseur maximale à mesurer. La longueur d'onde λ_2 est choisie pour toujours permettre une détermination univoque jusqu'à la plus petite des deux valeurs constituées par e_2 et la valeur maximale de l'épaisseur à mesurer (suivant courbes).

3. Si le rayonnement thermique $S1(\lambda)$ est détectable et dépasse le niveau du signal réfléchi $S3(\lambda)$ multiplié par le facteur K ($K > 0$), défini ci-dessus et déterminé expérimentalement, dans au moins une plage de la gamme spectrale du spectromètre, l'épaisseur sera calculée directement à partir du paramètre DITA tel que décrit. La longueur d'onde inférieure λ_1 sera aussi courte que possible, mais suffisamment élevée que pour assurer un rapport signal/bruit convenant à la mesure de la température apparente à cette longueur d'onde, tandis que la longueur d'onde supérieure λ_2 sera supérieure ou égale à au moins 5 fois et idéalement 15 fois l'épaisseur maximale à détecter. Pour ce choix de longueurs d'ondes, il existe une limite inférieure sous laquelle la mesure n'est plus précise. Dans ce cas, on peut choisir un deuxième couple de longueurs d'onde (λ_3, λ_4) plus courtes (par exemple 1000 et 800 nm), permettant d'étendre la gamme vers les faibles épaisseurs. Le deuxième couple de longueurs d'ondes pourra être choisi avantagusement en utilisant les relations $\lambda_3 \leq \lambda_1$; $\lambda_4 > \lambda_1$ et $\lambda_4 - \lambda_3 \leq 300$ nm.

Appareil de mesure

[0030] On pourra utiliser l'installation de la demande de brevet BE 2004/0220, auquel on adjoint un pyromètre à grande longueur d'onde et à spectre étroit, par exemple un pyromètre à 3,9 μm utilisé pour la mesure au travers de flammes.

[0031] On peut aussi utiliser un appareil de mesure tel que représenté sur la figure 4, utilisant un détecteur supplémentaire 8 sensible à une longueur d'onde en dehors de la gamme du spectromètre 7, le rayonnement du substrat revêtu étant dirigé vers ce détecteur via un miroir 9 et une lentille 10. Afin de simplifier ou rendre plus compact le dispositif, on pourrait utiliser tout dispositif permettant de séparer le rayonnement dans la gamme spectrale du spectromètre par rapport au rayonnement dans la gamme spectrale du détecteur supplémentaire, par exemple au moyen d'un miroir dichroïque. On pourrait également utiliser tout dispositif permettant d'envoyer alternativement le rayonnement intrinsèque du produit vers le spectromètre puis vers le détecteur supplémentaire en utilisant des moyens tels que modulateurs optiques, miroirs mobiles, etc.

Revendications

1. Procédé pour la mesure sans contact et en temps réel de l'épaisseur (e) d'une couche d'oxyde déposée sur un substrat métallique, de préférence une bande d'acier en mouvement destinée à un traitement ultérieur de galvanisation au trempé à chaud, utilisant une installation comprenant une source de lumière (1) présentant un spectre essentiellement continu et formant, par l'intermédiaire d'un premier moyen optique (2), de préférence une lentille, une petite tache lumineuse à la surface (3) du substrat, un obturateur (4) positionné entre la source de lumière et le substrat, un second moyen optique (5), de préférence une lentille, formant l'image de la surface de ladite tache sur la fente d'entrée (6) d'un spectromètre optique (7) sensible dans une gamme de longueurs d'onde comprise à l'intérieur du spectre de la source de lumière, et le cas échéant un pyromètre ou un détecteur supplémentaire (8) extérieur au spectromètre (7), vers lequel est dirigé le rayonnement intrinsèque du substrat revêtu et sensible à au moins une longueur d'onde située en dehors de la gamme spectrale du spectromètre, **caractérisé en ce que** l'épaisseur (e) de ladite couche d'oxyde est déterminée à partir de l'analyse du spectre du facteur de réflexion $R(\lambda)$, où :

- $R(\lambda)$ est le spectre de l'intensité du rayonnement réfléchi sur le substrat revêtu $S3(\lambda)$ divisé par le spectre de l'intensité du rayonnement incident $S0(\lambda)$ de la source de lumière (1), où $S3(\lambda)$ est lui-même obtenu en soustrayant le spectre $S1(\lambda)$ du spectre $S2(\lambda)$;

- $S1(\lambda)$ est le spectre de l'intensité du rayonnement intrinsèque du substrat revêtu, mesuré dans une première étape au moyen dudit spectromètre (7), fonctionnant en l'occurrence en mode pyromètre, en fermant l'obturateur (4) dans le chemin optique ;

- $S2(\lambda)$ est le spectre d'intensité du substrat revêtu mesuré dans une seconde étape au moyen dudit spectromètre (7), fonctionnant en l'occurrence en mode pyromètre et réflexion, en laissant ledit obturateur (4) ouvert ;

et à partir de la mesure de températures apparentes absolues du substrat revêtu à au moins deux longueurs d'onde, lesdites mesures étant réalisées au moyen du spectromètre (7) fonctionnant en mode pyromètre et, le cas échéant, du pyromètre ou détecteur supplémentaire (8).

2. Procédé selon la revendication 1, **caractérisé en ce que** l'on détermine l'épaisseur (e) de la couche d'oxyde de la manière suivante, dans le cas où le rayonnement intrinsèque $S1(\lambda)$ du substrat revêtu est détectable sans dépasser K fois ($K > 0$) la valeur du signal réfléchi $S3(\lambda)$ sur l'ensemble de la gamme spectrale du spectromètre :

- si le spectre du facteur de réflexion $R(\lambda)$, dans la gamme opérationnelle du spectromètre présente au moins un pic d'interférence détectable, que ce soit un maximum ou un minimum, l'épaisseur de la couche d'oxyde est déduite de la longueur d'onde de ces pics minima ($\lambda_{1m}, \lambda_{2m}, \dots$) ou maxima ($\lambda_{1M}, \lambda_{2M}, \dots$) à partir des propriétés optiques, de préférence l'indice de réfraction complexe, de la couche d'oxyde et du substrat, l'épaisseur de la couche d'oxyde étant comprise entre deux valeurs e_1 et e_2 ;

- si aucun pic n'est détectable dans l'intervalle spectral précité, on en déduit que la couche est soit trop mince, c'est-à-dire a une épaisseur $< e_1$, soit trop épaisse, c'est-à-dire a une épaisseur $> e_2$, pour avoir des pics d'interférence apparaissant dans l'intervalle spectral considéré, l'atténuation de l'illumination dans la couche étant telle, lorsque cette couche est trop épaisse, qu'aucune interférence significative ne se produit, et on procède à la discrimination entre les deux cas en se basant sur la mesure des températures apparentes absolues (T_{Aa1}, T_{Aa2}) à deux longueurs d'onde choisies dans la gamme spectrale du spectromètre (7) et le cas échéant du pyromètre ou détecteur supplémentaire (8), une longueur d'onde inférieure (λ_1) et une longueur d'onde supérieure (λ_2), à savoir en calculant la différence des inverses desdites températures ($1/T_{Aa2} - 1/T_{Aa1}$), appelée paramètre DITA, et en comparant cette différence à un seuil prédéterminé (L), cette comparaison permettant de déterminer si la couche est très épaisse ou très mince, à savoir qu'elle est considérée comme très mince si la valeur de DITA est supérieure audit seuil (L), et comme très épaisse sinon.

3. Procédé selon la revendication 2, **caractérisé en ce que** la valeur dudit seuil (L) est approximativement égale à la moyenne arithmétique de la valeur DITA obtenue pour une couche d'épaisseur proche ou égale à 0 et à la valeur DITA du deuxième maximum de la courbe DITA en fonction de l'épaisseur.

4. Procédé selon la revendication 2 ou 3, **caractérisé en ce que**, si le spectre du facteur de réflexion $R(\lambda)$, dans la gamme opérationnelle du spectromètre présente au moins un pic détectable, on calcule l'épaisseur (e) de la couche d'oxyde par la formule suivante :

$$e = k \cdot \lambda_e / 4n,$$

où k est l'ordre d'apparition des pics dans le cas d'une croissance progressive de la couche d'oxyde ($k=1$: 1^{er} minimum, $k=2$: 1^{er} maximum ; $k=3$: 2^{ème} minimum, etc.), λ_e est la longueur d'onde du pic considéré et n est l'indice de réfraction, le calcul du paramètre DITA obtenu à partir de la mesure des températures apparentes absolues (T_{Aa1}, T_{Aa2}) aux deux dites longueurs d'onde choisies (λ_1, λ_2) étant utilisé le cas échéant pour une détermination univoque de l'ordre d'apparition des pics et donc de la valeur de k affectée à chacun des pics.

5. Procédé selon la revendication 4, **caractérisé en ce que**, lorsqu'il y a plusieurs extrema, l'épaisseur (e) est le résultat du calcul de la moyenne arithmétique des épaisseurs obtenues par l'expression précitée.

6. Procédé selon l'une quelconque des revendications 2 à 5, **caractérisé en ce que** la longueur d'onde inférieure (λ_1) est choisie aussi courte que possible pour autant que le rapport signal/bruit soit supérieur ou égal à 1.

7. Procédé selon la revendication 6 **caractérisé en ce que** la longueur d'onde inférieure (λ_1) est supérieure ou égale à 700 nm.

8. Procédé selon l'une quelconque des revendications 2 à 7, **caractérisé en ce que** la longueur d'onde supérieure (λ_2) est choisie soit la plus élevée possible dans la gamme spectrale du spectromètre, soit à une valeur supérieure à la borne supérieure de la gamme spectrale du spectromètre, la mesure étant réalisée dans ce dernier cas au moyen du pyromètre ou du détecteur supplémentaire (8) extérieur au spectromètre et visant une zone essentiellement proche de celle visée par ce dernier.

9. Procédé selon la revendication 8, **caractérisé en ce que** la longueur d'onde supérieure (λ_2) est supérieure ou égale à au moins 5 fois et de préférence 15 fois l'épaisseur maximale à mesurer.

10. Procédé selon la revendication 2, **caractérisé en ce que**, dans le cas de la détermination d'une couche très mince,

c'est-à-dire d'épaisseur inférieure à e_1 , la longueur d'onde inférieure (λ_1) est choisie aussi courte que possible tout en assurant un rapport signal/bruit supérieur ou égal à 1, la longueur d'onde supérieure (λ_2) étant choisie pour assurer une relation univoque entre le paramètre DITA et l'épaisseur en dessous de la valeur e_1 .

- 5 11. Procédé selon la revendication 2, **caractérisé en ce que**, dans le cas de la détermination d'une couche très épaisse, c'est-à-dire d'épaisseur supérieure à e_2 , la longueur d'onde supérieure (λ_2) étant choisie supérieure ou égale à au moins 5 fois, et de préférence 15 fois, l'épaisseur maximale à mesurer, la longueur d'onde inférieure (λ_1) étant ensuite choisie pour assurer une relation univoque entre le paramètre DITA et l'épaisseur dans la gamme s'étendant d'au moins e_2 à l'épaisseur maximale à mesurer.
- 10 12. Procédé selon la revendication 1, **caractérisé en ce**, dans le cas où le rayonnement intrinsèque $S1(\lambda)$ du substrat revêtu est détectable et dépasse en intensité la valeur du signal réfléchi $S3(\lambda)$ multipliée par un facteur K ($K > 0$) déterminé expérimentalement sur au moins une plage de la gamme spectrale du spectromètre, l'on détermine l'épaisseur (e) de la couche d'oxyde à partir du paramètre DITA, la longueur d'onde inférieure (λ_1) étant aussi courte
- 15 que possible dans la gamme spectrale du spectromètre, tout en assurant un rapport signal/bruit supérieur ou égal à 1, et la longueur d'onde supérieure (λ_2) étant choisie supérieure ou égale à au moins 5 fois, de préférence 15 fois, la valeur maximale de l'épaisseur à mesurer.
- 20 13. Procédé selon la revendication 12, **caractérisé en ce que** l'on mesure le paramètre DITA à deux couples de longueurs d'onde différents (λ_1, λ_2) et (λ_3, λ_4), de préférence en choisissant $\lambda_3 \leq \lambda_1$, $\lambda_4 > \lambda_1$ et $\lambda_4 \leq \lambda_3 + 300$ nm.
- 25 14. Procédé selon l'une quelconque des revendications 2 à 13, **caractérisé en ce que** l'épaisseur de la couche d'oxyde déterminée à partir du paramètre DITA est obtenue directement en reportant la valeur dudit paramètre sur une courbe de simulation théorique ou encore sur une courbe de calibration expérimentale acquise au préalable, montrant l'évolution dudit paramètre avec l'épaisseur de revêtement.
- 30 15. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, **caractérisé en ce que** le substrat métallique est une bande d'acier en mouvement subissant une oxydation contrôlée, de préférence dans un four de chauffe, suivie d'une réduction de la couche d'oxyde formée.
- 35 16. Installation pour la mise en oeuvre du procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, **caractérisé en ce qu'elle** comprend une source de lumière (1) présentant un spectre essentiellement continu et formant, par l'intermédiaire d'une lentille (2), une petite tache lumineuse à la surface du substrat revêtu (3a, 3b), un obturateur (4) positionné entre la source de lumière et le substrat, une seconde lentille (5) formant l'image de la surface de ladite tache sur la fente d'entrée (6) d'un spectromètre optique (7) sensible dans une gamme de longueurs d'onde comprise à l'intérieur du spectre de la source de lumière, et un pyromètre ou un détecteur supplémentaire (8) extérieur au spectromètre (7), vers lequel est dirigé le rayonnement intrinsèque du substrat revêtu et sensible à au moins une longueur d'onde située en dehors de la gamme de longueur d'onde du spectromètre (7).
- 40 17. Installation selon la revendication 16, **caractérisée en ce que** le pyromètre extérieur (8) est un pyromètre à spectre étroit et sensible à une longueur d'onde supérieure ou égale à 5 fois et de préférence 15 fois l'épaisseur maximale de la couche à mesurer.
- 45 18. Installation selon la revendication 17, **caractérisée en ce qu'elle** comporte des moyens (9,10) pour séparer le rayonnement dans la gamme spectrale du spectromètre optique (7) de celui dans la gamme spectrale du pyromètre ou détecteur supplémentaire (8).
- 50 19. Installation selon la revendication 18, **caractérisée en ce que** lesdits moyens comprennent au moins un miroir dichroïque (9) et une lentille (10).
20. Installation selon la revendication 18, **caractérisée en ce qu'elle** comporte des moyens permettant d'envoyer alternativement le rayonnement intrinsèque du substrat revêtu vers le spectromètre optique (7) et vers le pyromètre ou détecteur supplémentaire (8), tels qu'un modulateur optique ou un miroir mobile.
- 55 21. Installation selon l'une quelconque des revendications 16 à 20, **caractérisée en ce qu'elle** est conformée pour qu'une seule lentille puisse être utilisée tant pour l'éclairage que pour la mesure et soit placée le long d'un axe sensiblement orthogonal à la surface du substrat.

EP 1 653 192 A1

22. Installation selon l'une quelconque des revendications 16 à 21, **caractérisé en ce que** la gamme opérationnelle de longueurs d'onde du spectromètre est comprise dans l'intervalle de 200 à 2500 nm.
23. Installation selon l'une quelconque des revendications 16 à 22, **caractérisée en ce que** le spectromètre est utilisable comme appareil de mesure du facteur de réflexion spectrale dans la gamme de longueurs d'onde précitée.
24. Installation selon l'une quelconque des revendications 16 à 23, **caractérisée en ce qu'elle** peut être disposée à au moins 1 mètre de la surface du substrat.

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

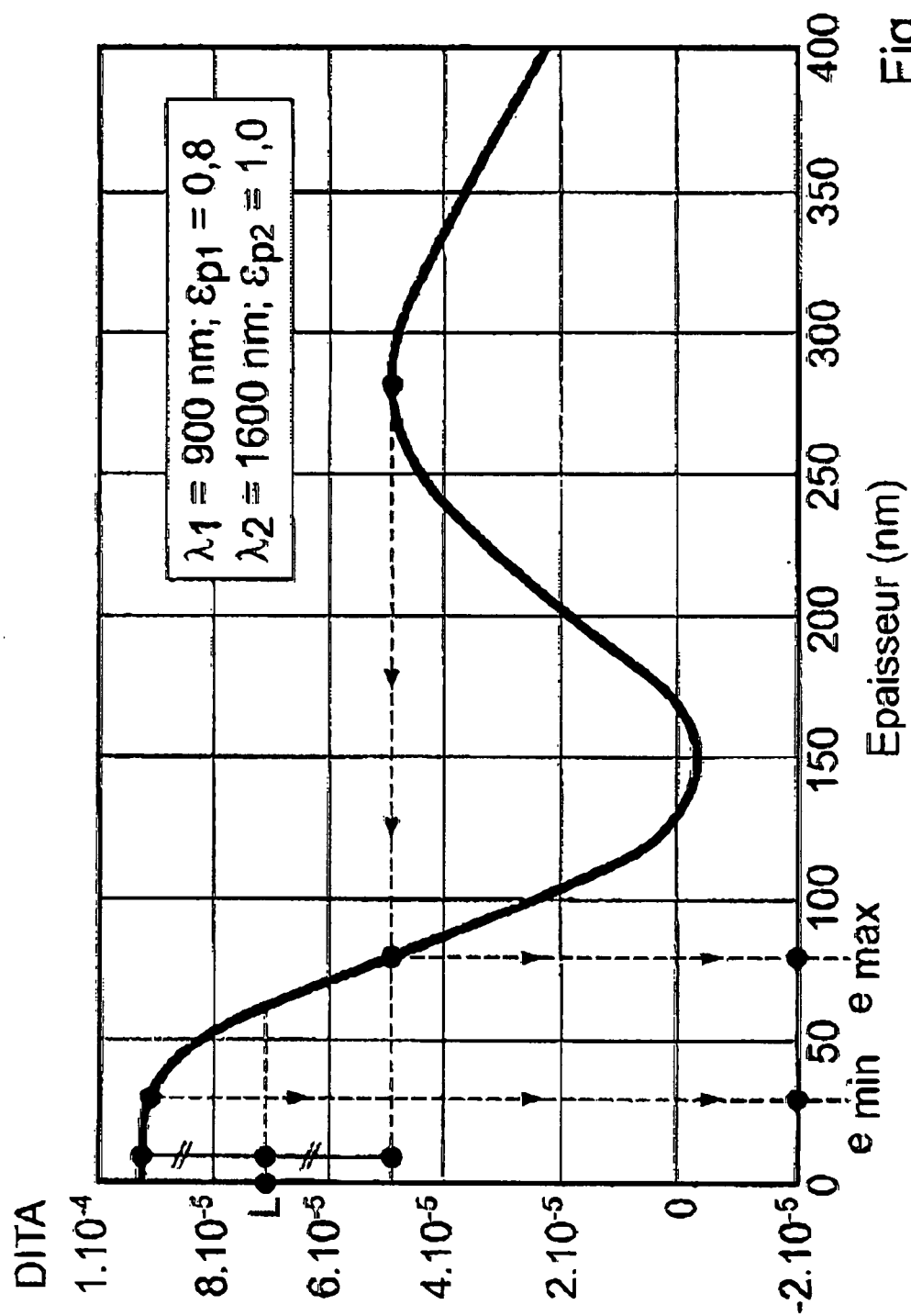


Fig. 1

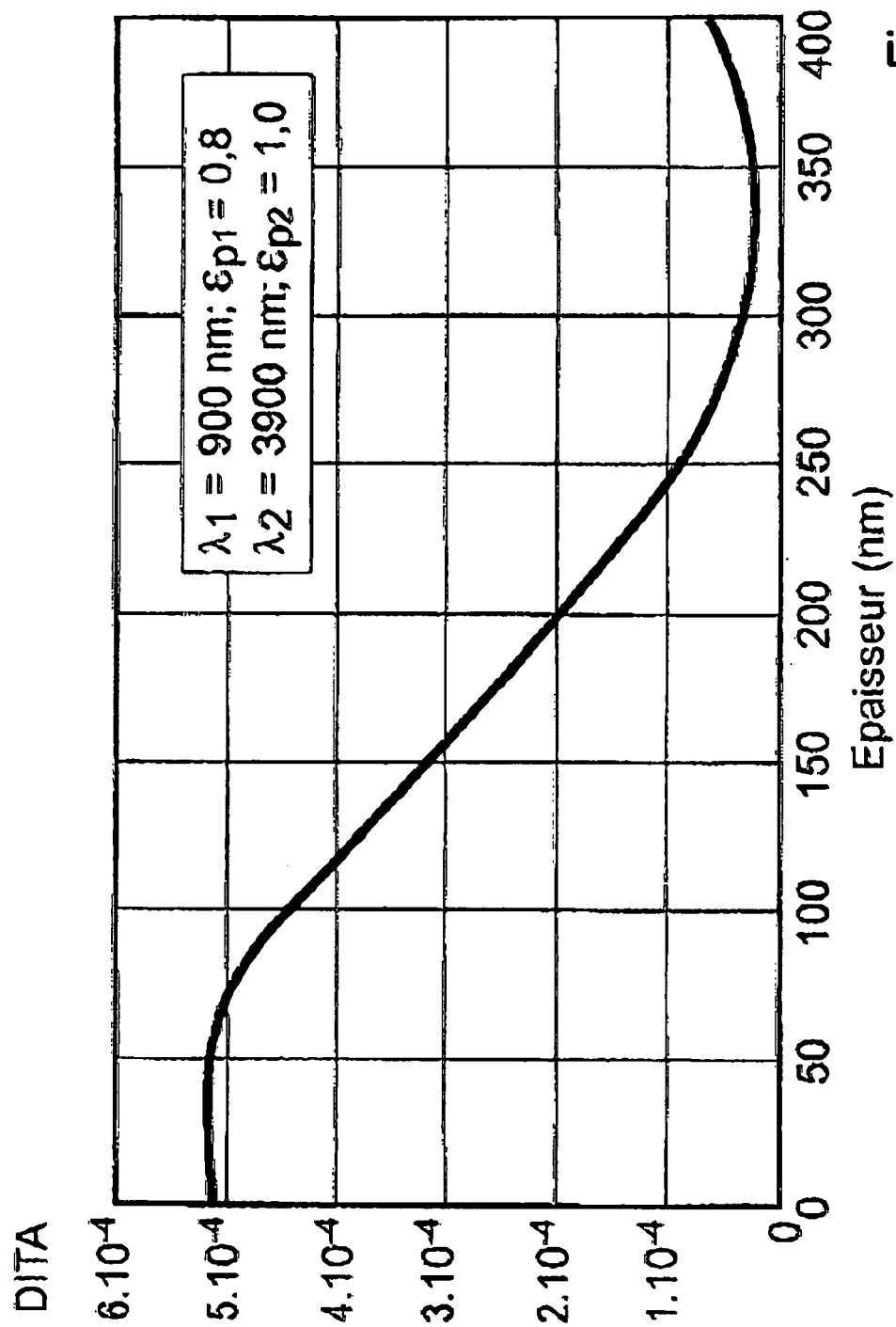


Fig. 2

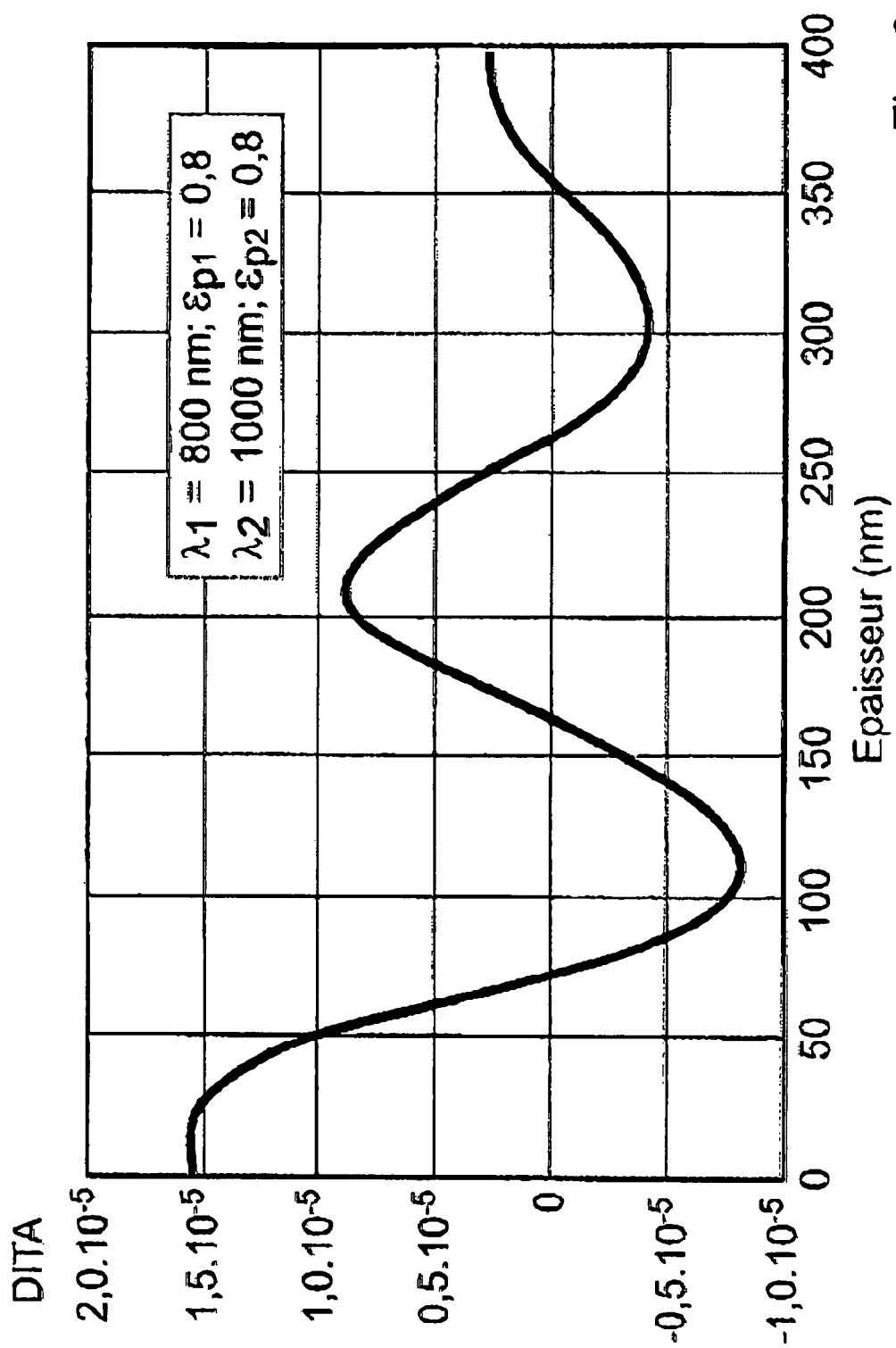


Fig. 3

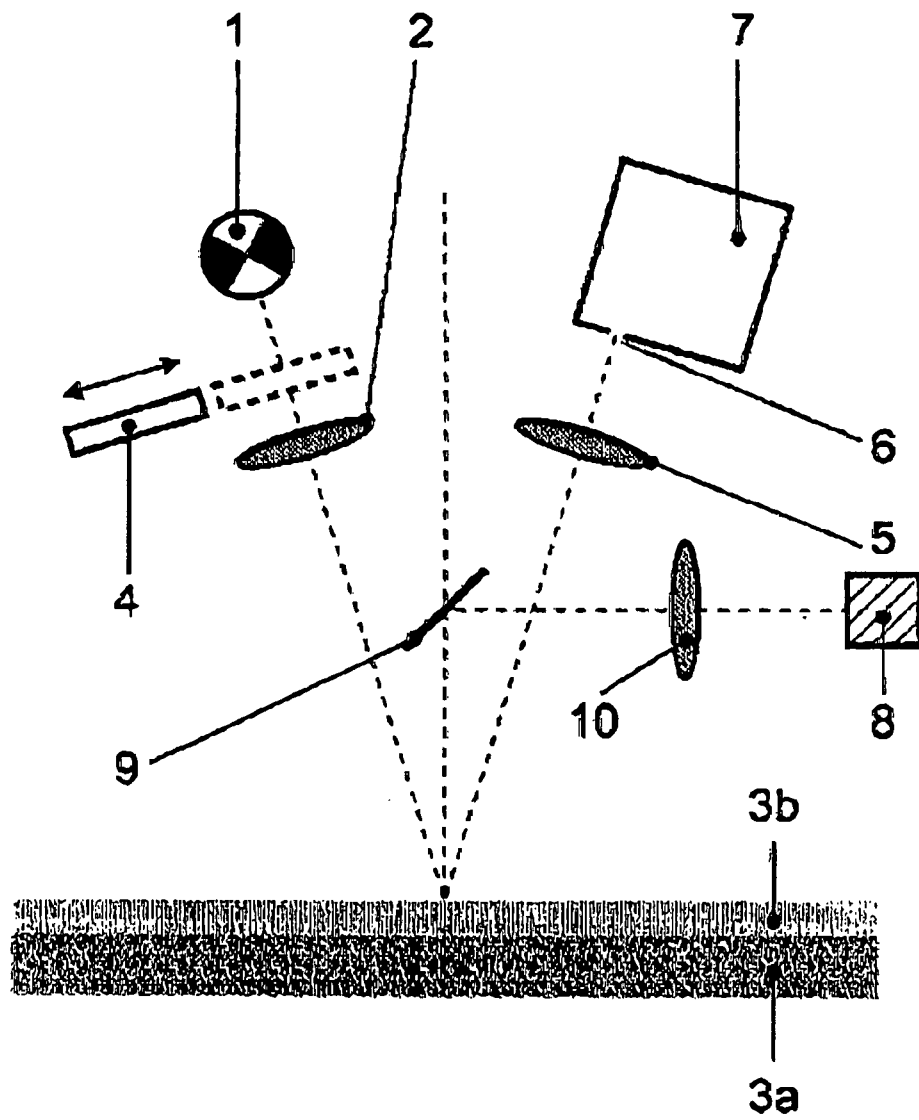


Fig. 4



Office européen
des brevets

RAPPORT DE RECHERCHE EUROPEENNE

Numéro de la demande
EP 05 44 7208

DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS			
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes	Revendication concernée	CLASSEMENT DE LA DEMANDE (IPC)
D,E	EP 1 593 929 A (CENTRE DE RECHERCHES METALLURGIQUES ASBL - CENTRUM VOOR RESEARCH IN DE) 9 novembre 2005 (2005-11-09) * le document en entier *	1	G01B11/06 G01J5/00
A	EP 0 408 015 A (DAINIPPON SCREEN MFG. CO., LTD) 16 janvier 1991 (1991-01-16) * colonne 5, ligne 24 - colonne 9, ligne 2 *	1-24	
A	BOEBEL F G ET AL: "SIMULTANEOUS IN SITU MEASUREMENT OF FILM THICKNESS AND TEMPERATURE BY USING MULTIPLE WAVELENGTHS PYROMETRIC INTERFEROMETRY (MWPI)" IEEE TRANSACTIONS ON SEMICONDUCTOR MANUFACTURING, IEEE SERVICE CENTER, PISCATAWAY, NJ, US, vol. 6, no. 2, 1 mai 1993 (1993-05-01), pages 112-118, XP000369971 ISSN: 0894-6507 * le document en entier *	1-24	
D,A	PATENT ABSTRACTS OF JAPAN vol. 1998, no. 13, 30 novembre 1998 (1998-11-30) & JP 10 206125 A (NIPPON STEEL CORP), 7 août 1998 (1998-08-07) * abrégé *	1,16	G01B G01J
A	US 2003/176000 A1 (OTSUBO TORU ET AL) 18 septembre 2003 (2003-09-18) * abrégé *	1,16	
A	US 2002/192847 A1 (INO TOMOMI ET AL) 19 décembre 2002 (2002-12-19) * abrégé *	1,16	
Le présent rapport a été établi pour toutes les revendications			
Lieu de la recherche La Haye		Date d'achèvement de la recherche 23 février 2006	Examineur de Bakker, M
CATEGORIE DES DOCUMENTS CITES X : particulièrement pertinent à lui seul Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie A : arrière-plan technologique O : divulgation non-écrite P : document intercalaire		T : théorie ou principe à la base de l'invention E : document de brevet antérieur, mais publié à la date de dépôt ou après cette date D : cité dans la demande L : cité pour d'autres raisons & : membre de la même famille, document correspondant	

 3
EPO FORM 1503 03.82 (P04C02)

**ANNEXE AU RAPPORT DE RECHERCHE EUROPEENNE
RELATIF A LA DEMANDE DE BREVET EUROPEEN NO.**

EP 05 44 7208

La présente annexe indique les membres de la famille de brevets relatifs aux documents brevets cités dans le rapport de recherche européenne visé ci-dessus.

Lesdits membres sont contenus au fichier informatique de l'Office européen des brevets à la date du

Les renseignements fournis sont donnés à titre indicatif et n'engagent pas la responsabilité de l'Office européen des brevets.

23-02-2006

Document brevet cité au rapport de recherche		Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)		Date de publication
EP 1593929	A	09-11-2005	BE	1016003 A3	10-01-2006
EP 0408015	A	16-01-1991	US	5101111 A	31-03-1992
JP 10206125	A	07-08-1998	AUCUN		
US 2003176000	A1	18-09-2003	AUCUN		
US 2002192847	A1	19-12-2002	AUCUN		

EPO FORM P0460

Pour tout renseignement concernant cette annexe : voir Journal Officiel de l'Office européen des brevets, No.12/82